



目 次

分析機器解説シリーズ (12)	2
金属中水素分析装置	
トピックス	5
光ファイバーを応用した流動層内の濃度と流れの測定	
講演会・講習会の報告	9
お知らせ	9
・セイコー熱分析装置の設置	
お願い	10
・X線装置利用者の登録	

★ 分析機器解説シリーズ (12) ★

金属中水素分析装置

工学部 林 安 徳

現在多くの科学・技術の分野で金属中の水素に関連した問題が注目を集めており、水素の分析・定量は重要な関心事となっている。しかし最近急速に普及した電子線やX線を利用する元素の分析機器では金属中の水素の分析は不可能である。核反応を利用した放射線計測、あるいは二次イオン質量分析法によって水素の分析は可能ではあるが、特殊な施設を必要としたり、また定量性に問題があり一般的な分析法にはなっていない。高温抽出による分析は金属中での水素の分布や状態に関する情報は得られないが簡単な方法として多く利用されている。以下、昭和 60 年度に中央分析センター工学分室に設置された堀場金属中水素分析装置の紹介をする。

・装置の概要

これは金属中の水素を不活性ガス気流中で熱分解し、ガスクロマトグラフと熱伝導度検出器により迅速に測定する装置である。抽出炉としては黒鉛るつぼに直接大電流を通じる交流インパルス炉が用いられ、るつぼの上下部電極は内蔵の冷却水ユニットによって冷却されている。るつぼと電極とは取りはずしが容易な構造になっており、また分析終了後はるつぼを排除し炉内を自動的に清掃するようになっている。るつぼの加熱温度は空焼時約 3400℃、分析時には低、中、高温の三段階切り換えで 1800～2700℃の範囲を選ぶことができる。

金属中のガス成分は試料の加熱により、水素は H_2 、酸素は CO 、また窒素は N_2 として抽出される。抽出ガスはガスクロマトグラフの第 1 カラムにより $H_2 + N_2$ と CO と分離される。第 1 カラムから $H_2 + N_2$ が流出した時点でバックフラッシュ操作が行われて、第 1 カラムに残留する CO は外に排出される。第 1 カラムから流出した $H_2 + N_2$ は第 2 カラムに導かれ H_2 と N_2 の分離が行われる。 H_2 は N_2 より先に流出し、熱伝導度検出器により検出される。ガスの流路の基本的部分だけを図示すると第 1 図のようになり、状態 A から状態 B に切り換わり CO は排出される。第 1、第 2 カラムともに充填剤はモレキュラーシーブ 5 A で分離温度 50℃、キャリアーガス流量 250ml/min である。検出さ

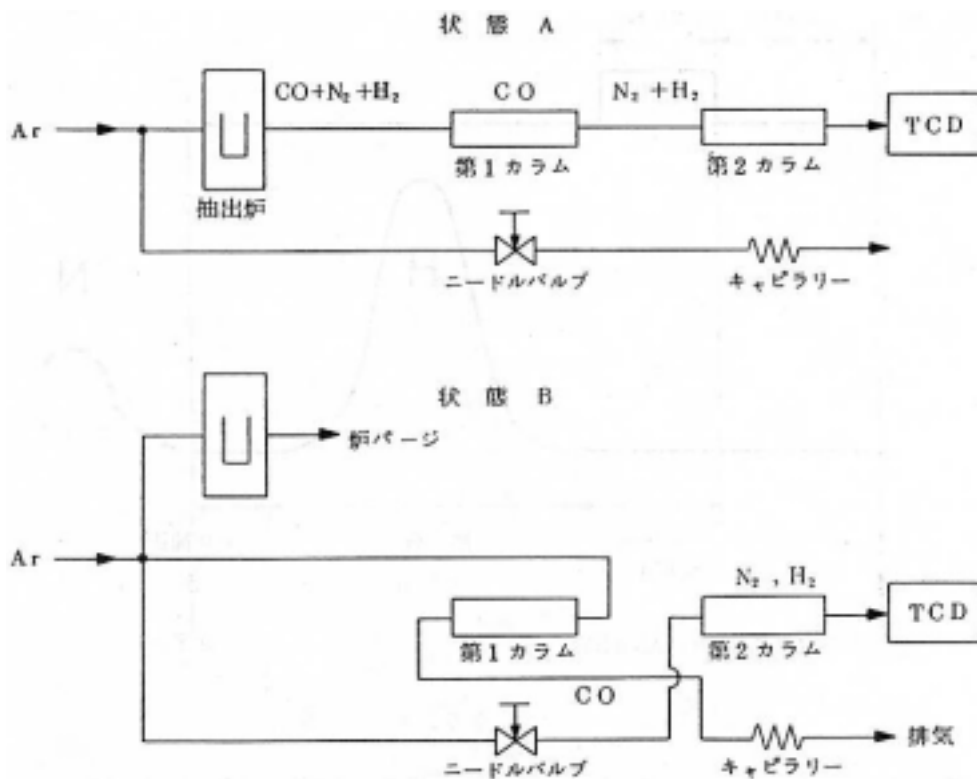


図1 流路説明図

れるクロマトグラムは図2に示されるようなものであり、タイミングを適当に設定して水素の測定を行う。水素量はバックグラウンドを決め、検出器出力の積分値から求める。校正は、計量管（体積0.8281ml）に大気圧の純水素ガスを採り測定した結果とブランクの結果を $Y=aX+b$ の一次式に現わすことにより行う。

・試料の分析

分析は装置に付属する天秤による試料の秤量と重量の記憶、るつぼの空焼き、試料挿入、加熱抽出、ガス分析の順に行われ、結果は計算されてプリンターに打ち出されてくる。操作の多くは自動化され簡単であるが注意すべき点はいくつかある。挿入できる試料の大きさは8mmφ×30mmまであり、標準的重量は0.5～5gである。水素含有量に従って試料サイズと重量を適当にとる必要がある。粉末試料も測定可能であるが表面

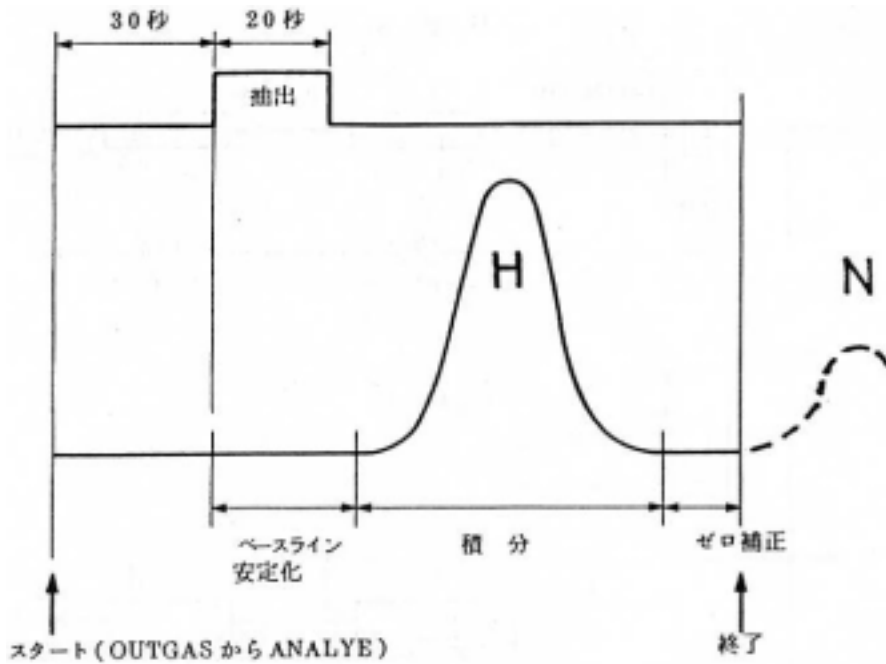


図2 クロマトグラムタイミング

吸着物による誤差を考えるとブロックに成型して用いる方が好ましい。また試料成型の加工時の水や潤滑剤の使用には注意が必要である。抽出炉の温度は鉄鋼材料用に設定してあるので、高融点材料で溶融抽出が不完全な場合には、鉄—すず等のフラックスをるつぼの空焼きの時にに入れておき試料の溶融を容易にする方法をとると良い。また低融点の試料やるつぼとの反応のはげしい試料の場合には、炉の温度を下げる必要がある。試料が溶融してるとつぼ底部に玉状に残るような適当な温度を選択することが好ましい。炉の温度と加熱用の電力はほぼ比例するので、入力電源にトランスを用いて、試料金属の種類に応じた電源電圧を選定するような方法もとることが出来る。簡単な装置であるが多少のモディフィケーションで利用範囲も広がるものと考えられる。多くの人々の利用を期待している。

【トピックス】

光ファイバーを応用した流動層内の濃度と流れの測定

工学部 諸 岡 成 治

流動層は図1に示すように、金網等の上に粒子を乗せ、下から上に向けて気体を送入することにより、気体と固体粒子との接触を図る装置である。気体の持つ粘性と運動エネルギーが粒子の重力につり合っており、粒子はあたかも流体のように流動性を示す。

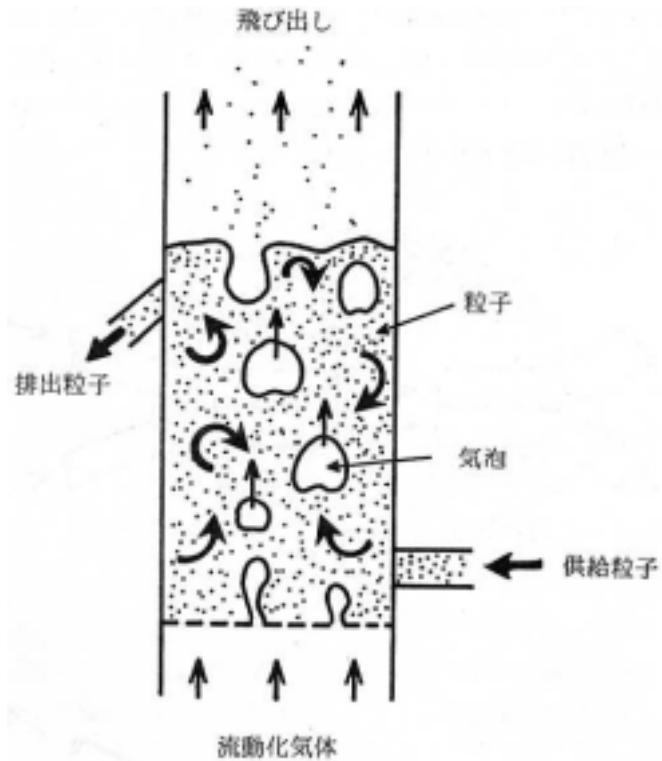


図1 流動層内の流れ

気体の一部は粗子の間隙を上昇するが、大部分は「気泡」となって上昇する。この気泡が粒子を混合する働きをする。従って、流動層は粒子を流体としてハンドリングでき、熱的な安定性に優れているので、発熱を伴う触媒反応、石炭のガス化、ポリシリコンの製造など、多くのプロセスで応用されている。

ところで、流動層内に吹込まれた気体が気泡として通過してしまうことは、反応ガスが気泡から粒子濃度が高い気泡の外部に移動しなければ反応が進行しないことを意味する。このため、気泡のサイズや気泡内部の反応物質の濃度、及び粒子の流れの状況を測定することが必要になる。流動層内は高濃度の粒子が存在するために内部の見透しが効かない。また、気泡に伴う現象は装置のスケールに強く依存するので、ある程度大きな装置で実験しなければ意味がない。そこで各種のプロブを用いて、装置内部の情報を取り出すことが考えられてきた。^{1,2)} 光ファイバーを用いたプロブは比較的小型にできるので、流動層内の流れを乱すことが少ない。

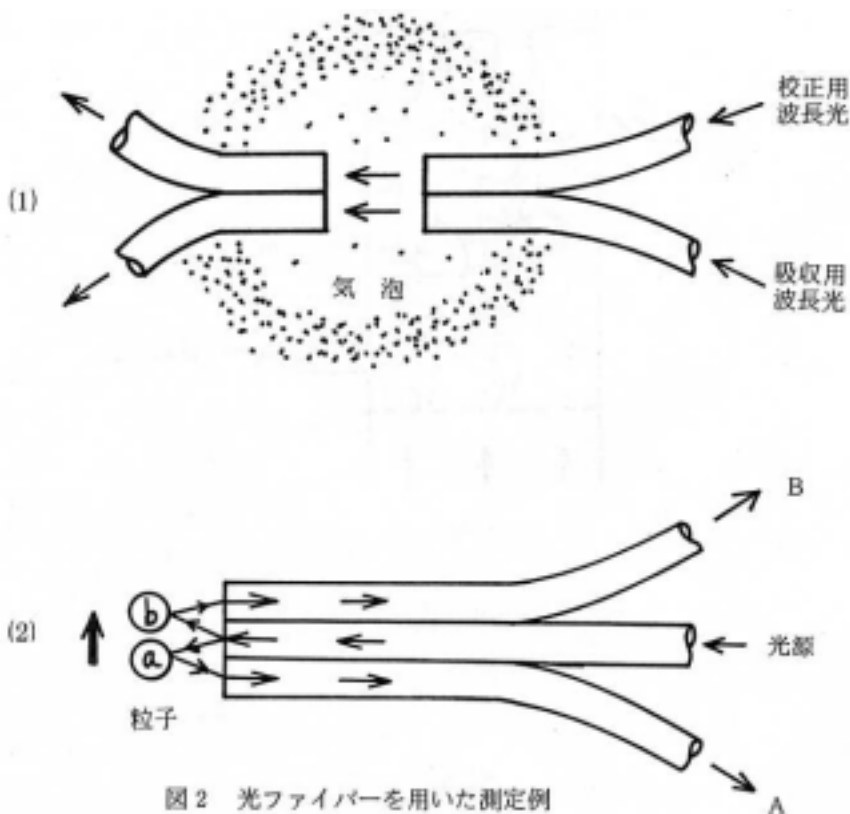


図2 光ファイバーを用いた測定例

図2の(1)は、気泡内の反応ガスの濃度を測定するプローブである。気泡中にも若干の粒子が存在するので、校正用波長の光で粒子による散乱を調べる。同時に吸収用波長の光で気泡内のガスによる吸収を測定し、粒子による散乱を補正すれば、気泡内のガス濃度が求められる。

図2の(2)には粒子の移動速度を測定するプローブの原理を示している。3本のファイバーを並べ、中央をライトガイドとする。粒子が①の位置にあるとAから反射光のパルスが出てくる。次に粒子が②の位置に移動するとBから反射光パルスが取り出される。AとBのシグナルの相互相関をとることにより、粒子の移動速度が得られる。束ねたファイバーを用いれば速度ベクトルが算出できる。しかし、流動層内の粒子は局所的に見ればランダムな運動をするため、このような方法では粒子の流れの全体像をとらえることはできない。

従来、大きなスケールの粒子運動は、RIトレーサ粒子を用いて得られたインパルス応答から推定されていたが、これではあまりにも巨視的な情報しか得られず、またRIを用いるために手続きが面倒である欠点があった。そこで、蛍光染料を塗付した粒子をトレーサとして用い、光ファイバーと組合せることにより、図2(2)とRIの中間のスケールの流れに関する情報を得ることを試みた。³⁾

図3は蛍光粒子トレーサ法の概念を示す。低圧水銀ランプのUV光をUV用光ファイバーをガイドとして流動層内部に送る。もし、ファイバー先端部に蛍光粒子が存在すれば可視光が発光され、受光用ファイバーを通して検出される。光ファイバープローブは

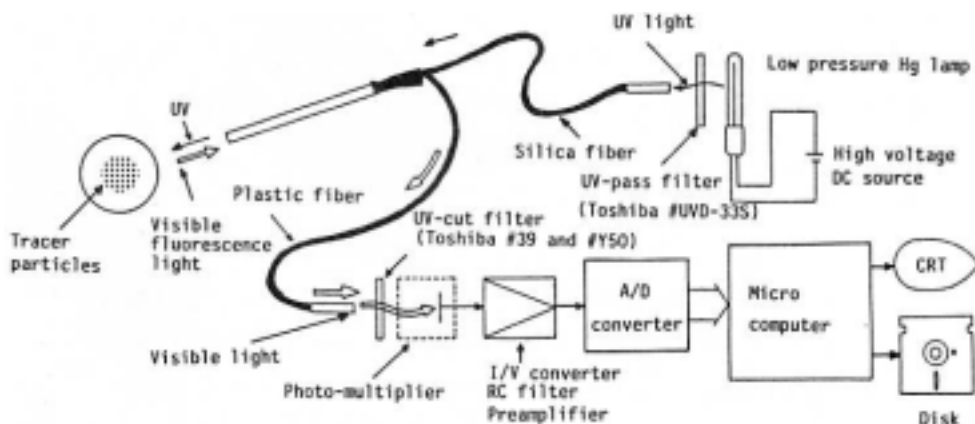


図3 蛍光粒子をトレーサとする計測システム

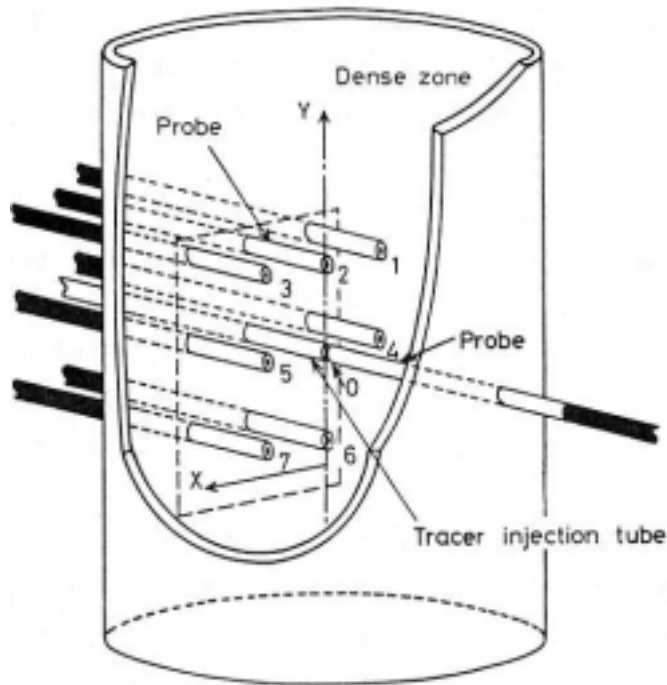


図4 プローブの設置方法

小型で安価であるので、流動層内に多数設置できる。(図4に一例を示す。)このようにして、流動層内の粒子の流れを実時間で測定することが可能である。例えば石炭ガス化装置では、熱ショックで粉化した石炭がガス化する前に飛び出して、ガス化効率を低下させる原因となる。微粉をトレーナとしてその流れを調べることにより、飛び出しが少ない装置及び運転条件を明らかにし、ガス化効率を上げることもできよう。

- 1) 堀尾、千場、“流動層における粒子挙動の測定法”、ケミカルエンジニアリング、30、781 (1985).
- 2) 内藤 他、“INS時代のセンサ技術、” p. 179、情報調査会 (1985).
- 3) Morooka, S. et al., “Measurement of Flow of Solid Particles in Gas Fluidized Bed,” Chem. Eng. Commun., 35, 193 (1985).

第4回中央分析センター講演会報告

中央分析センターの第4回講演会は、総理工山添教授と教養部竹田津教授の両先生に御講演をお願いし、昭和61年1月31日筑紫地区共通管理棟大会議室において午後3時20分より開催されました。

講演会は石橋センター長による挨拶に始まり、総理工荒井教授を座長として山添教授石橋教授を座長として竹田津教授の講演が行われました。

両先生にはそれぞれ御専門のテーマにつき該博なる講演をなされ、引き続き活発な質疑応答もあり、多数の来聴者に深い感銘を与え、午後5時盛会裡に終了しました。

講 習 会 報 告

集中法粉末X線回折計の設置に伴い、この装置の概要と操作法等の講習会が12月10日岡崎篤、大濱順彦（理学部）両先生を講師に迎えて行われました。

参加者20名に対し、午前10時より共同利用研究室にて約1時間の講義が行われた後実験室にて装置の基本的操作の説明がありました。午後には参加者の実習が行われ、午後5時盛会裡に終了しました。

★★★★★★ お 知 ら せ ★★★★★★

セイコー熱分析装置の設置（筑紫地区）

前号のセンターニュースでお知らせしましたように、この装置が昨年11月、中央分析センター熱分析室に設置され、利用可能になりました。装置の構成と仕様は以下の様です。

尚利用料金は1件につき、500円となっています。（消耗品は実費となります。）

セイコー電子工業（K. K.）製熱分析装置一式
構 成
サーマルコントローラ S S C 5 7 5
示差走査熱量計 D S C 2 0

高温型示差熱量計 D T A 3 0

サンプルシーラ

クーリングアクセサリ

ペンレコーダー

仕 様

S S C 5 7 5

温度コントロール

プログラム速度 : 0.01°C/min~99.99°C/min

プログラムモード : 固定及び組立 (50steps まで)

プログラムホールド時間 : 0~999.9min

D S C 2 0

プログラム温度範囲 : -150°C~600°C

最高感度 : 0.4mJ/S/フルスケール
(0.1mcal/S/スルスケール)

試料量 : 最大 100 μ l (オープン型容器)
 " 15 μ l (密閉型容器)

D T A 3 0

温度範囲 : 室温~1500°C (常用 1300°C)

D T A測定レンジ : 10 μ V/フルスケール~2000 μ V フルスケール

最大試料量 : 100 μ l

★★★★★★ お 願 い ★★★★★★★

〜〜X線装置利用者の登録〜〜

センターのX線装置（蛍光X線分析装置、エネルギー分散型X線回折装置、島津X線回折計および集中法粉末X線回折計）の使用予定者は総理工等事務部庶務掛に放射性同位元素等取扱者登録の申請を行って下さい。